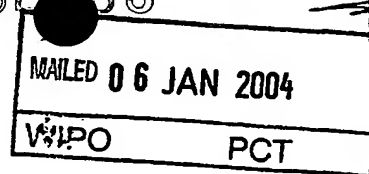




10/532560



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Best Available Copy

Fait à Paris, le 24 OCT. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ
PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

09 640 0 W / 010801

REMISE DES REÇUS DATE 25 OCT 2002 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT 0213359 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 25 OCT. 2002		<input checked="" type="checkbox"/> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Cabinet BEAU DE LOMENIE 51, Avenue Jean Jaurès B.P.7073 69301 LYON CEDEX 07	
Vos références pour ce dossier (facultatif) 1H71093BFR17LSA/VF			
<input type="checkbox"/> Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
2. NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N°	Date
ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	Date
Demande de brevet initiale		N°	Date
3. TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) MEMBRANE POUR FILTRATION TANGENTIELLE ET SON PROCEDE DE FABRICATION			
4. DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N° Pays ou organisation Date N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5. DEMANDEUR (cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		TECHNOLOGIES AVANCEES & MEMBRANES INDUSTRIELLES	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Domicile ou siège		Z.A. Les Laurons	
Rue			
Code postal et ville		12611 LYONS	
Pays		FRANCE	
Nationalité		français	
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)	
Adresse électronique (facultatif)			
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Remplir impérativement la 2^{ème} page



BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2



REMISE EN DÉPÔT DATE 23 OCT 2002 LIEU 69 INPI LYON		Réservé à l'INPI 0213359	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		DB 540 0 W / 010801	
Vos références pour ce dossier : (facultatif)		1H710930BFR17LSA/VF	
[6] MANDATAIRE (en l'absence)			
Nom		SARLIN	
Prénom		Laure	
Cabinet ou Société		Cabinet BEAU DE LOMENIE	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	51, Avenue Jean Jaurès B.P. 7073	
	Code postal et ville	69130 LYON CEDEX 07	
	Pays	FRANCE	
N° de téléphone (facultatif)		04 72 76 85 30	
N° de télécopie (facultatif)		04 78 69 86 82	
Adresse électronique (facultatif)		contact@cabinetbeaudelomenie.fr	
[7] INVENTEUR(S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
[8] RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non	
[9] RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : RG [] [] [] [] [] [] [] [] [] []	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
[10] SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Laure SARLIN Conseil en P.I. - N° 02-0502		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI [Signature]	

La présente invention concerne le domaine technique de la séparation tangentielle mettant en œuvre des éléments de séparation appelés généralement membranes réalisées à partir de matériaux inorganiques et constituées d'un support poreux délimitant au moins un canal de circulation pour un milieu fluide, sur la surface duquel est déposée au moins une couche séparatrice dont la nature et la morphologie sont adaptées pour assurer la séparation des molécules ou des particules contenues dans le milieu fluide à traiter.

L'objet de l'invention vise, plus précisément, la réalisation d'un support poreux.

L'objet de l'invention trouve une application particulièrement avantageuse dans le domaine de la nanofiltration, l'ultrafiltration, la microfiltration, la filtration ou l'osmose inverse.

D'une manière classique, une membrane se définit par l'association d'un support poreux en matière inorganique, telle qu'en céramique, et d'une ou plusieurs couches séparatrices en matière inorganique déposées sur la surface de chaque canal de circulation et liées entre elles et au support, par frittage. Ces membranes peuvent adopter différentes géométries. Le rôle des couches est d'assurer la séparation des espèces moléculaires ou particulières, tandis que le rôle du support est de permettre par sa résistance mécanique, la réalisation de couches de faible épaisseur.

Dans l'état de la technique, il est connu de nombreuses membranes réalisées à partir d'éléments de filtration à caractère tubulaire ou plan. Dans le domaine des membranes tubulaires, le support poreux rigide est de forme allongée en présentant une section transversale droite polygonale ou circulaire. Le support poreux est aménagé pour comporter au moins un et de préférence une série, de canaux parallèles entre eux et à l'axe longitudinal du support poreux, en présentant chacun une forme cylindrique. Les canaux communiquent, d'un côté, avec une chambre d'entrée pour le milieu fluide à traiter et, de l'autre côté, avec une chambre de sortie. La surface des canaux est recouverte d'au moins une couche séparatrice assurant la séparation des molécules ou des particules contenues dans le milieu fluide circulant à l'intérieur des canaux, selon un sens donné, d'une extrémité des canaux dite d'entrée à l'autre extrémité dite de sortie. Une telle membrane réalise, par effet tamis, une séparation des espèces moléculaires ou particulières du produit à traiter, dans la mesure où toutes les particules ou molécules supérieures au diamètre des pores de la membrane

sont arrêtées. Durant la séparation, le transfert du fluide s'effectue à travers la couche séparatrice, puis le fluide se répand dans la perméabilité du support pour se diriger vers la surface extérieure du support poreux. La partie du fluide à traiter ayant traversé la couche de séparation et le support poreux est appelée perméat et se trouve

5 récupérée par une chambre de collecte entourant la membrane.

Dans le domaine technique des membranes à caractère plan, le support poreux se présente sous la forme d'un bloc dans lequel est aménagé au moins un, et en général une série de canaux superposés présentant chacun une section droite transversale polygonale généralement rectangulaire. La surface des canaux est

10 recouverte d'au moins une couche séparatrice.

Suivant le principe de la filtration tangentielle, le fluide à traiter circule à grande vitesse sur la surface des canaux afin de générer une contrainte de cisaillement qui redisperse les matières déposées sur cette surface. Il apparaît ainsi un frottement du fluide sur la surface des canaux conduisant à l'existence d'une perte de

15 charge qui varie linéairement en fonction de la longueur des canaux. Cette perte de charge dépend de paramètres dimensionnels tels que la longueur de la membrane, de son diamètre hydraulique et de paramètres expérimentaux, tels que la vitesse de circulation, la viscosité et la masse volumique du fluide à traiter.

Comme la force agissante de la filtration est une pression, il apparaît une

20 variation décroissante de la pression du fluide à traiter le long des canaux. Un tel gradient de pression modifie l'écoulement transversal du perméat qui traverse la couche séparatrice, puis le corps poreux. Le débit du perméat est donc variable le long de la membrane. Ce gradient du débit du perméat conduit à une hétérogénéité de la séparation réalisée par la membrane faisant apparaître des régimes de séparation

25 différents le long des canaux.

Pour tenter de remédier à ces inconvénients, le brevet US 4 105 547 décrit un appareil de filtration tangentielle mettant en œuvre un système de compensation de la perte de charge longitudinale. Un tel système consiste à assurer la circulation du perméat tangentiellement à l'extérieur de la membrane, dans le même sens que le

30 fluide à traiter circulant tangentiellement dans les canaux. La perte de charge de l'écoulement du perméat est identique à celle du fluide à traiter. Il apparaît donc une

compensation entre les deux pertes de charge, de sorte que la pression est la même en tout point le long des canaux.

Le brevet EP 0 333 753 est une amélioration de ce système. Il consiste à disposer dans le compartiment perméat des billes dans le but d'obtenir des pertes de charges identiques à celle du liquide à traiter avec un débit très faible de circulation.

Néanmoins, de tels appareils présentent l'inconvénient de nécessiter la mise en œuvre d'une boucle de recirculation du perméat, ce qui complique considérablement la fabrication et accroît le coût énergétique lié au fonctionnement de cette boucle supplémentaire.

10 Pour remédier à ces inconvénients, la demande de brevet EP 0 870 534 B1 propose un support macroporeux dont la porosité externe est modifiée, de manière à faire apparaître un gradient de porosité tout le long de ce support. Ce gradient de porosité fait apparaître un gradient de perméabilité. En raison de la variation de la pression, le débit de perméat qui traverse la membrane devient constant. Si une telle
15 solution permet de modifier uniquement le support, cette technique présente l'inconvénient de réduire la porosité externe du support facilitant ainsi l'accumulation des molécules ou des particules qui ont traversé la couche séparatrice et qui, statistiquement, peuvent être arrêtées par la partie du support à porosité réduite. Pratiquement, le diamètre des pores suivant une section droite transversale d'un tel
20 support augmente puis diminue à sa périphérie, de sorte qu'il apparaît un risque d'accumulation pour les molécules ou particules. Une telle accumulation est susceptible de conduire à la destruction du support. Par ailleurs, la réduction de la porosité est effectuée uniquement sur la couronne externe du support poreux. Ainsi, la porosité du support, dans sa partie interne adjacente à la couche de séparation, n'est pas réduite. Aussi, durant l'opération de séparation, la pression à l'intérieur des
25 canaux décroît selon le sens d'écoulement du fluide à traiter. Le perméat, après avoir traversé la couche séparatrice, se répand dans la porosité interne et s'écoule vers l'extérieur en recherchant une zone nécessitant moins d'énergie. Le perméat s'écoule alors principalement par la partie du support la plus poreuse. Dans ces conditions, le
30 gradient de porosité ainsi réalisé conduit à l'apparition de débit de perméat hétérogènes suivant la longueur de la membrane.

La demande de brevet EP 1 074 291 propose une solution permettant d'obtenir un débit de perméat homogène tout le long de la membrane. Cette solution consiste à déposer sur le support macroporeux une couche de séparation présentant un gradient d'épaisseur diminuant selon le sens de circulation du fluide à traiter. Dans ce cas, le

5 support permet d'assurer la résistance mécanique sans participer à la résistance hydraulique de la membrane, tandis que la couche de séparation définit la perméabilité sans participer à la résistance mécanique.

L'objet de l'invention vise donc à proposer une autre solution permettant de remédier aux inconvénients énoncés ci-dessus en proposant une membrane de
10 filtration tangentielle, adaptée pour obtenir un flux de perméat plus homogène le long de la membrane et ne présentant pas de zone fragile où s'accumulent des espèces du fluide à traiter, retenues par la membrane. La solution proposée par l'invention consiste à modifier le support poreux sur sa partie adjacente à la couche de séparation pour le faire participer à la perméabilité de la membrane.

15 Pour atteindre un tel objectif, la membrane pour filtration tangentielle d'un fluide à traiter selon l'invention, comporte un support poreux délimitant au moins un canal de circulation pour le fluide à traiter circulant dans un sens donné entre une entrée et une sortie, la surface interne du support poreux délimitant le canal étant recouverte par au moins une couche de séparation pour le fluide à traiter, une fraction
20 appelée perméat traversant la couche de séparation et le support poreux. Le support présente un colmatage partiel variable s'étendant à partir de la surface interne du support sur laquelle la couche de séparation est déposée. Cedit colmatage crée, sur une tranche du support d'épaisseur constante donnée s'étendant à partir de la surface interne du support, un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation du
25 fluide à traiter, la porosité moyenne minimale étant située à l'entrée et la porosité moyenne maximale à la sortie.

L'objet de l'invention vise également à proposer un procédé de fabrication d'une membrane pour filtration tangentielle d'un fluide. Conformément à l'invention, un tel procédé comprend une étape consistant à modifier le support poreux par
30 pénétration, à partir de la surface interne du support poreux délimitant le canal de circulation, de particules inorganiques de diamètre moyen inférieur au diamètre moyen d_p des pores du support, de façon à obtenir sur une tranche d'épaisseur

constante donnée s'étendant à partir de la surface interne du support, un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation du fluide à traiter, la porosité moyenne minimale étant située à l'entrée et la porosité moyenne maximale à la sortie.

Diverses autres caractéristiques ressortent de la description faite ci-dessous en référence aux dessins annexés qui montrent, à titre d'exemples non limitatifs, des formes de réalisation et de mise en oeuvre de l'objet de l'invention.

La fig. 1 est une vue en coupe transversale d'un exemple de réalisation d'une membrane conforme à l'invention.

La fig. 2 est une vue en coupe longitudinale, d'une membrane prise sensiblement selon les lignes II-II de la fig. 1.

La fig. 3 est une vue analogue à la fig. 2 illustrant une autre variante d'une membrane selon l'invention.

Les fig. 4 et 16 sont des tableaux donnant les mesures expérimentales, respectivement, pour une membrane de l'art antérieur et pour des membranes conformes à l'invention.

En préalable à la description de l'invention, il y a lieu de donner un certain nombre de définitions.

La porosité désigne le volume des pores du support par rapport au volume total apparent du support. La porosité est mesurée, par exemple, par porométrie mercure. Il s'agit d'un appareil qui envoie du mercure sous pression dans un échantillon poreux. Cet appareil donne la distribution des diamètres de pores mais également la porosité du corps poreux.

L'existence d'un gradient de porosité moyenne sur une tranche volumique d'épaisseur constante donnée signifie que, si cette tranche d'épaisseur constante est divisée en une série de volumes élémentaires égaux correspondant à des tronçons s'étendant transversalement par rapport à l'axe longitudinal de la tranche, la porosité moyenne de ces volumes élémentaires varie lorsque l'on se déplace le long de l'axe longitudinal de cette tranche.

La densité de flux par unité de pression et la perméabilité d'un support poreux traduisent la facilité qu'un milieu fluide a à traverser ledit support. La densité de flux, au sens de l'invention, désigne la quantité en m^3 de perméat traversant l'unité

de surface (en m^2) de support par unité de temps (en s). La densité de flux par unité de pression est donc mesurée en $m^3/m^2/s/Pa \times 10^{-12}$.

La perméabilité, au sens de l'invention, correspond à la densité de flux par unité de pression ramenée à l'épaisseur et est exprimée en $m^3/m^2/s/m/Pa \times 10^{-12}$.

5 Tel que cela ressort des fig. 1 et 2, la membrane de filtration 1 conforme à l'invention est adaptée pour assurer la séparation ou la filtration de molécules ou de particules contenues dans un milieu fluide, de préférence liquide, de natures diverses, comportant une phase solide ou non. Dans l'exemple de réalisation illustré, la géométrie de la membrane de filtration 1 est de type tubulaire. Selon cet exemple, la
10 membrane de filtration 1 comporte un support poreux 2 rigide inorganique, constitué dans une matière dont la résistance au transfert est adaptée à la séparation à effectuer. Le support poreux 2 est réalisé à partir de matériaux inorganiques, tels que des oxydes métalliques, du carbone ou des métaux. Dans cet exemple de réalisation, le support poreux 2 est réalisé sous une forme allongée s'étendant selon un axe central
15 longitudinal A. Le support poreux 2 possède une section droite transversale polygonale ou, comme dans l'exemple illustré aux fig. 1 et 2, une section transversale circulaire. Le support poreux 2 présente ainsi une surface externe 2₁ cylindrique de section circulaire.

Le support poreux 2 est aménagé pour comporter au moins un et, dans
20 l'exemple illustré, un canal 3 réalisé parallèlement à l'axe A du support. Dans l'exemple illustré, le canal présente une section droite transversale à l'axe A du support, de forme cylindrique. Le canal 3 présente une surface interne 4 recouverte par au moins une couche de séparation 5, destinée à être en contact avec le milieu fluide à traiter, circulant à l'intérieur du canal 3 selon un sens de circulation
25 représenté par les flèches f permettant de déterminer une entrée 6 et une sortie 7 pour une telle membrane fonctionnant en mode tangentiel. La nature de la ou des couches séparatrices 5 est choisie en fonction du pouvoir de séparation ou de filtration à obtenir et forme, avec le support poreux 2, une liaison intime de façon que la pression provenant du milieu liquide soit transmise au support poreux 2. Cette ou ces
30 couches peuvent être déposées à partir, par exemple, de suspensions contenant au moins un oxyde métallique et classiquement utilisé dans la production des éléments de filtration minéraux. Cette ou ces couches sont soumises après séchage à une

opération de frittage qui permet de les consolider et de les lier entre elles ainsi qu'au support poreux 2. Une partie du milieu fluide traverse la couche séparatrice 5 et le support poreux 2, de sorte que cette partie traitée du fluide, appelée perméat, s'écoule par la surface externe 2₁ du support poreux.

5 Conformément à l'invention, la partie du support 2 adjacente à la couche de séparation 5 est modifiée par rapport au reste du support. Au voisinage de la couche de séparation 5, le support 2 présente, un colmatage partiel variable qui s'étend, le long du support, à partir de la surface interne 4 du support 2 sur laquelle la couche de séparation 5 est déposée. Ce colmatage est dit « partiel », car le support n'est pas
10 totalement colmaté puisqu'il laisse passer le perméat. Ce colmatage est dit « variable » car il varie lorsque l'on se déplace le long du support 2 et crée ainsi, sur une tranche 8 d'épaisseur constante donnée e s'étendant à partir de la surface interne 4 du support 2, un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation f du fluide à traiter. La partie de la tranche 8 la plus colmatée présentant la porosité
15 moyenne la plus faible est située à l'entrée 6 de la membrane, tandis que la partie la moins colmatée présentant la porosité moyenne la plus importante est située à la sortie 7 de la membrane. Par conséquent, la densité de flux par unité de pression augmente le long du support 2, entre l'entrée 6 et la sortie 7. Aussi, le débit de perméat traversant la couche de séparation 5 et le support poreux 2 est constant le
20 long de la membrane, dans la mesure où le gradient de porosité moyenne et donc le gradient de densité de flux par unité de pression varient de manière inversement proportionnelle à la pression exercée par le milieu fluide à séparer. En effet, la pression du fluide à traiter diminue selon le sens de circulation f du fluide, à savoir de l'entrée 6 jusqu'à la sortie 7 de la membrane. Le gradient de densité de flux par
25 unité de pression de la couche est donc choisi de manière à obtenir un débit de perméat constant sur toute la longueur de la membrane.

De plus, l'invention présente un autre intérêt. A l'intérieur du support décrit dans le brevet EP 0 370 534 B1, le diamètre moyen des pores augmente puis
30 diminue lorsque l'on se déplace transversalement au sens de circulation du fluide, de la couche de séparation vers la surface externe du support, favorisant ainsi des zones d'accumulation. Au contraire, selon l'invention la porosité moyenne du support augmente au sein du support 2, et en particulier au sein de la tranche 8, quand on se

déplace, transversalement au sens de circulation f du fluide à traiter, de la surface interne 4 du support 2 vers la surface externe 2_1 de ce dernier.

Le gradient de porosité moyenne est réalisé par pénétration à partir de la surface interne 4 du support 2 de particules de diamètre moyen inférieur au diamètre

- 5 moyen des pores du support 2, ce qui permet d'obtenir un colmatage c partiel de la tranche 8 du support 2. Cette tranche 8 s'étend à partir de la surface interne 4 du support 2 destinée à recevoir la couche de séparation 5. La tranche 8 est une tranche volumique d'épaisseur constante e . Tel que présenté à la fig.2, l'épaisseur e correspond à la profondeur maximale du colmatage c , profondeur déterminée à partir
- 10 de la surface interne 4 du support 2 sur laquelle la couche de séparation 5 est déposée. Ce colmatage c correspondant à la pénétration des particules s'effectue sur une profondeur p qui dépend de la taille, c'est à dire du diamètre des particules, et des conditions expérimentales de pénétration. En général, la profondeur p de la pénétration n'excède pas quelques dizaines de μm , valeur atteinte pour les particules
- 15 les plus fines.

- L'existence d'un gradient de porosité moyenne sur la tranche 8 d'épaisseur constante e signifie que, si cette tranche 8 est divisée en une série de volumes élémentaires égaux correspondant à des tronçons s'étendant transversalement par rapport au sens f de circulation du fluide, la moyenne des porosités obtenue pour ces
- 20 volumes élémentaires augmente lorsque l'on se déplace longitudinalement dans le sens de circulation f du fluide à traiter.

L'existence d'un gradient de porosité moyenne croissant au niveau de la tranche 8 définie ci-dessus se traduira par l'existence d'un gradient de densité de flux par unité de pression croissant le long du support 2.

- 25 La présence des particules à l'intérieur de la porosité du support peut avoir deux effets :

- le premier correspond à une réduction de la porosité du support,
- le deuxième à une diminution du diamètre moyen des pores du support.

- Ces deux effets ont chacun pour conséquence de réduire la densité de flux par
- 30 unité de pression du support.

Pour obtenir un gradient de densité de flux par unité de pression le long du support 2, entre l'entrée 6 de la membrane fonctionnant en mode tangentiel et sa sortie 7, l'invention prévoit de faire varier :

- soit la profondeur p de pénétration des particules le long de la membrane.
 5 Dans ce cas, les particules utilisées ont toutes le même diamètre moyen, la variation de la profondeur p de pénétration étant acquise par modification des paramètres du dépôt,
- soit la porosité et le diamètre moyen des pores du support après pénétration.
 10 Dans ce cas, des particules de granulométrie différentes sont utilisées, la pénétration des particules les plus fines étant réalisées après celles des particules les plus grosses,
- soit par l'association des deux méthodes ci-dessus.

Selon une première variante de l'invention, la porosité moyenne peut
 15 augmenter sensiblement de manière continue le long de la tranche 8 d'épaisseur constante e entre l'entrée 6 et la sortie 7. Dans ce cas, la densité de flux par unité de pression augmente également de manière sensiblement continue entre l'entrée 6 et la sortie 7.

Tel que cela ressort plus précisément de l'exemple illustré à la fig. 2, ce
 20 gradient de porosité moyenne peut être obtenu en faisant pénétrer des particules à partir de la surface interne 4 du support selon une profondeur p qui diminue sensiblement de manière continue, selon le sens de circulation f du fluide à traiter. Il est à noter que sur les figures, le rapport dimensionnel entre la couche de séparation 5, la tranche 8 et le support poreux 2 n'est pas respecté : la couche de séparation 5 et la tranche 8 ont été représentées avec des échelles plus grandes, afin d'illustrer l'objet
 25 de l'invention.

Selon une autre variante, la porosité moyenne peut augmenter, sur la tranche 8 du support 2 d'épaisseur constante e , par paliers P_i . Dans ce cas, la densité de flux par unité de pression augmente également par paliers P_i entre l'entrée 6 et la sortie 7.

Dans le cas d'une augmentation par paliers, la longueur des tronçons prise
 30 selon le sens de circulation f correspondant au volume élémentaire pour la mesure de la porosité moyenne et de la densité de flux par unité de pression correspond à la longueur des paliers P_i . La fig. 3 illustre le cas où ce gradient de porosité moyenne

est dû à un colmatage c , correspondant à une pénétration de particules selon un gradient de profondeur p . La profondeur p diminue par paliers P_i , selon le sens f de circulation du fluide à traiter, entre l'entrée 6 et la sortie 7. Dans l'exemple illustré, il existe quatre paliers P_1 à P_4 correspondant à quatre profondeurs p de pénétration. La

5 profondeur p de pénétration sur le palier P_1 situé à l'entrée 6 est supérieure à la profondeur de pénétration du palier P_2 le plus proche et ainsi de suite pour les autres paliers consécutifs. Dans l'exemple illustré, la profondeur p de pénétration est constante pour chaque palier. Il pourrait également être prévu que la profondeur p de pénétration diminue progressivement sur chaque palier, dans le sens de circulation f ,
10 avec un saut de profondeur au niveau de la jonction entre deux paliers consécutifs. Lesdits paliers sont, de préférence, tous de longueur prise selon le sens de circulation sensiblement identique.

Il est à noter que les exemples décrits ci-dessus concernent une membrane monocanal comportant un canal de forme cylindrique de section droite transversale sensiblement ovoïde. Bien entendu, l'objet de l'invention peut être mis en oeuvre sur
15 des membranes comportant un ou plusieurs canaux de formes variées et diverses. Dans le même sens, il est clair que l'objet de l'invention peut être appliqué à une membrane comportant au moins un canal 3 de section transversale polygonale, aménagée dans un bloc poreux afin de constituer une membrane du type plane. Dans
20 ce type de membrane, le support poreux 2 comporte une série de canaux 3 superposés présentant chacun une section droite transversale rectangulaire et dont les parois sont recouvertes d'une couche séparatrice 5. Dans le cas de membranes comportant plusieurs canaux, le support présente un colmatage partiel tel que ci-dessus défini, à proximité de chaque surface interne 4 délimitant un canal 3. Le
25 support présente donc une porosité modifiée, sur le volume adjacent à la surface interne 4, volume situé soit entre un canal 3 et la surface externe 2_1 du support, soit entre deux canaux 3.

L'objet de l'invention vise également à proposer un procédé pour réaliser une membrane de filtration 1 telle que décrite ci-dessus. Un tel procédé comprend une
30 étape consistant à modifier le support poreux 2 par pénétration, à partir de la surface interne 4 dudit support, de particules inorganiques, de diamètre moyen inférieur au

diamètre moyen dp des pores du support 2. Cette pénétration est réalisée de façon à obtenir, sur la tranche 8 d'épaisseur constante e , un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation du fluide à traiter, la porosité moyenne minimale étant située à l'entrée et la porosité moyenne maximale à la sortie.

5 Par diamètre moyen inférieur au diamètre moyen dp des pores du support 2, on entend de préférence que le diamètre moyen des particules inorganiques est compris entre $dp/100$ et $dp/2$.

La pénétration des particules à l'intérieur du support 2 est réalisée à l'aide d'une suspension défloculée de telles particules. La défloculation de la suspension
10 est nécessaire afin d'éviter la formation d'agglomérats de particules et donc conserver des particules sous une forme individualisée capables de pénétrer à l'intérieur des pores du support. La suspension présente, de façon avantageuse, une faible viscosité.

De telles particules sont constituées d'un matériau inorganique tel que des
15 oxydes métalliques, le matériau inorganique constitutif des particules inorganiques pouvant être identique à celui constituant le support et/ou la couche de séparation 5.

L'étape de pénétration est suivie d'une étape de frittage qui permet de regrouper les particules présentes dans les pores du support solide 2 entraînant un grossissement et un amalgame desdites particules et fixant le colmatage du support
20 poreux 2. Pour réaliser un colmatage c partiel variable créant, selon le sens de circulation du fluide à traiter, un gradient de porosité moyenne, la porosité moyenne minimale étant située à l'entrée et la porosité moyenne maximale à la sortie, il convient d'effectuer une pénétration variable de particules inorganiques 9 au sein de la tranche 8 du support poreux.

25 La description qui suit vise un procédé pour réaliser une membrane telle qu'illustrée à la fig. 2. Dans ce cas, la pénétration de particules de même granulométrie est réalisée à l'intérieur des pores de la tranche 8 sur une profondeur p à partir de la surface interne 4 du support 2 qui diminue selon le sens de circulation f du fluide à traiter. Une telle pénétration variable en fonction de la longueur du support peut être réalisée par la méthode de l'engobage. Cette méthode consiste à
30 disposer le support poreux 2 verticalement et à remplir le canal 3 avec une suspension défloculée de particules inorganiques de diamètre moyen inférieur au

diamètre moyen d_p des pores du support par l'intermédiaire d'une pompe de type péristaltique et à vitesse de rotation variable. Le temps de remplissage du canal est appelé T_r . Le temps pendant lequel le support est maintenu rempli avec la suspension par action sur la vitesse de rotation de la pompe est appelé T_a . Le support

5 est ensuite vidé par inversion du sens de rotation de la pompe, le temps de vidange étant appelé T_v . Les trois temps T_r , T_a , T_v définissent le temps de contact T_c entre chaque point de la surface interne 4 du support 2 et la suspension.

En un point x de la surface interne 4 du support 2 situé à une hauteur h , le temps de contact T_c avec la suspension est égal à :

10
$$T_c = (T_r + T_a + T_v) - S_s / Q_{pr} * h - S_s / Q_{pv} * h \quad (I)$$

Où :

T_r = temps de remplissage

T_a = temps d'attente tube plein

T_v = temps de vidange

15 T_c = temps de contact

Q_{pr} = débit de la pompe durant le remplissage

Q_{pv} = débit de la pompe durant la vidange

S_s = section des canaux

h = hauteur de remplissage

20 La profondeur p de pénétration des particules à l'intérieur du support dépend du temps de contact T_c entre le support poreux 2 et la suspension. Aussi, il est prévu de vider les canaux 3 progressivement, en vue d'obtenir un temps de contact T_c entre la suspension de particules et le support 2 qui augmente progressivement et de façon sensiblement continue entre le haut du support correspondant à la sortie 7 et le bas du support correspondant à l'entrée 6. Il peut ainsi être obtenu une profondeur p de pénétration qui augmente à partir de l'extrémité haute jusqu'à l'extrémité basse du support. Ainsi, en utilisant différentes valeurs du temps de contact T_c , en jouant sur T_r , T_a et T_v selon la relation (I), il est possible de choisir la masse des particules inorganiques pénétrant à l'intérieur du support 2.

30 Pour réaliser une membrane telle qu'illustrée à la Fig. 3, un procédé peut consister à diviser le canal 3 en une série de tronçons P_i de longueur sensiblement égale, par exemple au nombre de quatre P_1 à P_4 dans l'exemple illustré. La surface

du canal 3 est ensuite mise en contact avec une suspension défloculée de particules de diamètre moyen inférieur au diamètre moyen d_p des pores du support. D'une manière classique et bien connue, la profondeur p de pénétration est contrôlée par les paramètres de concentration de la suspension et du temps de contact entre la suspension et le support poreux 2. Pour une même suspension, le temps de contact sera diminué du palier P_4 au palier P_1 .

Une autre technique permettant d'obtenir un colmatage c variable est d'effectuer des pénétrations successives de particules inorganiques présentant des diamètres moyens différents, ces diamètres devant toujours être inférieurs au diamètre moyen des pores du support. En particulier, deux pénétrations successives peuvent être réalisées, une première à l'aide de particules inorganiques dont le diamètre moyen d_1 est compris entre $d_p/100$ et $d_p/2$, puis une deuxième réalisée avec des particules inorganiques dont le diamètre moyen d_2 est compris entre $d_1/100$ et $d_1/2$.

Bien entendu, la fabrication d'un support poreux comportant un colmatage partiel variable s'étendant à partir de la surface interne 4 peut être réalisée par d'autres procédés que ceux décrits ci-dessus. En choisissant le colmatage et donc la valeur du gradient de porosité moyenne et de densité de flux par unité de pression de la tranche 8 en fonction de la valeur du gradient de la pression du fluide à traiter circulant dans le canal 3, un débit de perméat sensiblement constant le long du canal 3 de circulation pourra être obtenu.

Par ailleurs, selon un autre aspect de l'invention, il peut être prévu d'utiliser pour le colmatage des particules inorganiques identiques en dimension et en composition à celles utilisées pour la fabrication de la couche de séparation 5. L'invention prévoit alors de réaliser pendant l'opération de pénétration des particules, un dépôt à la surface interne 4 de ce support 2. Dans ces conditions, le colmatage du support et le dépôt de la couche de séparation 5 sont réalisés simultanément. Dans ce cas, la couche de séparation 5 pourra présenter une épaisseur diminuant selon le sens de circulation f du fluide à traiter, comme décrit dans EP 1 074 291.

Par contre, si les particules utilisées pour le colmatage sont différentes de celles utilisées pour la fabrication des couches séparatrices, l'invention prévoit alors

d'éviter la formation d'un dépôt à la surface interne 4 du support poreux 2, lors de la pénétration des particules inorganiques à l'intérieur du support 2.

Dans les exemples qui suivent, un support monocanal de diamètre externe 10 mm et de diamètre interne 6 mm et de longueur 1200 mm est utilisé. Ce support

5 poreux possède un diamètre moyen équivalent de pores de 5 μm .

Sur les parois du canal, on réalise tout d'abord un dépôt d'une suspension d'oxyde de titane qui permet après frittage d'obtenir un diamètre moyen équivalent pour ce dépôt de 1,5 μm .

10 Afin d'analyser l'homogénéité du dépôt, la membrane ainsi réalisée est découpée en 12 tronçons de longueur 10 cm, lesquels sont mesurés en perméabilité à l'eau. Cette membrane a été réalisée à titre de référence, en l'absence de colmatage.

Le tableau selon la Fig. 4 présente à partir d'eau comme fluide :

- la densité de flux par unité de pression mesurée pour chaque tronçon,
- l'épaisseur de la couche de diamètre moyen équivalent des pores de
- 15 1,5 μm ,
- la perméabilité de la couche déterminée en prenant pour le support une valeur de la densité de flux par unité de pression de $6,9 \times 10^{-8}$.

20 Les valeurs présentées dans ce tableau montrent que les tronçons sont relativement homogènes en densité de flux, en épaisseur de couche et donc en perméabilité.

Les pertes de charges du fluide circulant à l'intérieur d'une membrane telle que ci-dessus d'une longueur de 1178 mm en fonction de la vitesse de circulation sont présentées dans le tableau de la Fig. 5.

25 A titre de référence, les débits de filtrat de cette membrane en fonction de la position du prélèvement sur la membrane sont également donnés. Ces mesures sont réalisées avec un appareil composé d'un carter TAMI CéRAM Inside ref CLC120100100 tronçonné en quatre parties égales. Sur chacune des parties sont disposées :

- des sorties perméat à proximité de chaque extrémité,
- 30 - des raccords clamps DN 38 aux entrées/sorties disponibles de chaque tronçon.

Les joints qui permettent de faire l'étanchéité sur les raccords clamps sont particuliers en ce qu'ils comportent un trou de diamètre 9,5 mm en leurs centres. Les quatre carters sont reliés ensemble par l'intermédiaire de leurs joints particuliers.

La membrane de 1178 mm de long est disposée à l'intérieur de ces quatre
5 carters, et l'ensemble est ensuite relié à une pompe permettant d'obtenir des débits de circulation compris entre 100 et 500 l/h correspondants à des vitesses respectives de 1 et 5 m/s. Dans ces conditions et par l'intermédiaire des sorties perméats de chaque carter, le débits de perméat est mesuré pour chacun des carter. Le tableau de la Fig. 6 définit les conditions expérimentales et donne les valeurs de débit de filtrat obtenues.

10 Il apparaît que, quelle que soit la vitesse de circulation, le débit du tronçon dépend de la valeur de la pression. Cette dernière est la conséquence de la perte de charge de l'écoulement du fluide à l'intérieur de la membrane. Le rapport du débit du tronçon d'entrée sur le débit du tronçon de sortie augmente avec la vitesse de circulation pour atteindre la valeur 1,81 à une vitesse de 5 m/s.

15 La description qui suit vise à fournir trois exemples de réalisation de membrane conforme à l'invention.

Exemple de réalisation 1 selon l'invention

Cet exemple correspond à la pénétration à l'intérieur du support 2 d'une
20 suspension de particules qui peut également servir à réaliser une couche de séparation 5.

Une suspension de particules d'oxyde de titane dont la granulométrie est de 0,5 μm est préparée. Cette suspension est défloculée à l'aide d'un agent spécifique appelé COATEX qui sépare les particules entre-elles et supprime toute
25 sédimentation. Aucun liant organique n'est ajouté afin d'obtenir une viscosité très basse.

Des supports monocanaux de diamètre externe 10 mm et de diamètre interne 6 mm et de longueur 1200 mm sont utilisés. Ces supports poreux possèdent un diamètre moyen équivalent des pores de 5 μm et ils sont identiques à celui pris
30 précédemment comme référence. Ces supports sont alors soumis à une opération d'engobage. Les valeurs de T_r , T_a et T_v utilisées sont indiquées dans le tableau de la Fig. 7. Pour chaque triplet de valeurs de $T_r/T_a/T_v$, deux supports sont modifiés par

pénétration de la suspension puis après séchage, sont calcinés à une température de l'ordre de 1100 °C. Les supports ainsi modifiés sont définis par leur triplet de valeurs $T_r/T_a/T_v$, soit par exemple 10/10/40.

Le premier support modifié de chaque série est mesuré en perméabilité à l'eau par l'intermédiaire du carter utilisé ci-dessus. Une seule vitesse (5 m/s) a été utilisée pour ces mesures.

Le deuxième support modifié est découpé de manière à faire des prélèvements sous la forme de minces tronçons (2 à 3 mm de hauteur) à des longueurs de 0 mm, 300 mm, 500 mm, 700 mm et 1178 mm. Ces tronçons sont destinés à la mesure de la pénétration à l'intérieur du support ainsi que de l'épaisseur du dépôt existant sur la surface interne 4 du support, si un tel dépôt existe.

Le tableau de la Fig. 8 présente les valeurs de débit selon les tronçons.

Les tronçons sont numérotés de 1 à 4, le n° 1 correspondant au bas du support durant l'opération d'engobage. Ces résultats montrent que, pour les membranes selon l'invention, par rapport à la référence ci-dessus, le débit par tronçon s'est considérablement uniformisé en fonction de l'ordre du tronçon. Ces résultats sont la conséquence directe du gradient de densité de flux par unité de pression qui vient compenser le gradient de pression existant le long du canal.

Les mesures de la pénétration des particules à l'intérieur de la porosité du support ont été effectuées sur les tronçons de faibles épaisseurs prélevés aux longueurs 0 mm, 300 mm, 700 mm et 1178 mm. Ces tronçons de faibles épaisseurs ont été remplis avec de la résine d'enrobage puis polis afin d'observer sur un seul plan la pénétration des particules à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

Le tableau de la Fig. 9 présente les mesures de pénétration des particules dans le support ainsi que l'épaisseur des couches. L'examen de ce tableau conduit à constater que les particules ont effectivement pénétré à l'intérieur de la porosité du support à partir de sa surface interne 4 et que la profondeur de pénétration est bien la conséquence du temps de contact avec la suspension. Comme indiqué précédemment, le temps de contact en un point du support dépend de la hauteur de ce point. Les résultats montrent que la profondeur de pénétration varie comme ce temps de contact et que l'on obtient ainsi un gradient de profondeur de pénétration donc de

densité de flux par unité de pression et de porosité favorisant ainsi l'homogénéité des débits de perméats.

Quand la profondeur de pénétration devient importante, les particules ne peuvent plus progresser au sein du support. Le support peut être considéré comme colmaté. Mais, comme l'aspiration capillaire se maintient, les particules continuent à arriver à la surface du support et constitue un dépôt. C'est ce que montre les valeurs de l'épaisseur de la couche correspondant à ce dépôt qui sont égales à zéro quand le temps de contact est faible, puis deviennent positives et mêmes importantes pour des valeurs élevés de ce temps de contact. Le dépôt peut correspondre à la couche de séparation 5 de la membrane.

Exemple de réalisation 2 selon l'invention :

Dans cet exemple, les particules inorganiques utilisées pour l'étape de pénétration ne peuvent pas servir à réaliser une couche de séparation 5. Dans ce cas, l'invention évite la formation d'un dépôt.

Des supports monocanaux de diamètre externe 10 mm et de diamètre interne 6 mm et de longueur 1200 mm sont utilisés. Ces supports poreux possèdent un diamètre moyen équivalent des pores de 5 μm et ils sont identiques à celui pris précédemment comme référence.

Les particules inorganiques utilisées sont des particules d'oxyde de titane possédant un diamètre moyen de particules de 1 μm . Ce diamètre est obtenu après un broyage énergétique dans une jarre contenant des boulets de diamètre 5 mm en alumine. Ces particules sont défloculées par l'intermédiaire d'un adjuvant de la famille des COATEX. La suspension ne contient aucun liant organique et la concentration de particules est inférieure à 50 g/l. Les valeurs de ces deux paramètres sont destinées à obtenir une viscosité très basse.

Les supports sont modifiés par engobage à l'aide de cette suspension, selon les conditions expérimentales du dépôt sont définis dans le tableau de la Fig. 10.

Dans cette série de réalisation de pénétration de particules au sein du support 2, la vitesse de vidange a été augmentée de manière significative, afin de réaliser une contrainte de cisaillement à la paroi de la membrane et ainsi éroder le dépôt qui

pourrait avoir tendance à se former. Les trois temps 10s, 5s et 3s de vidange correspondent respectivement à des vitesses de 0,117 m/s, 0,234 m/s et 0,39 m/s.

Trois supports sont réalisés pour chaque triplet Tr/Ta/Tv. Ces supports modifiés sont calcinés à 1100 °C, puis deux d'entre eux subissent les mêmes

- 5 prélèvements et mesures que dans l'exemple de réalisation 1 ci-dessus, le troisième étant destiné à recevoir un dépôt de couche séparatrice 5 pour le transformer en membrane.

Le tableau de la Fig. 11 présente les valeurs de débits mesurées sur ces supports modifiés. Les valeurs de débit obtenues par cette méthode sont moins
10 homogènes qu'avec la méthode précédente mais elles restent bien meilleures que celles de la référence. La vitesse de vidange améliore l'homogénéité des débits et représente donc un paramètre important. Les profondeurs des différentes pénétrations ainsi que les épaisseurs des dépôts s'ils existent ont été déterminées selon la méthode précédente. Le tableau de la Fig. 12 présente les résultats obtenus. Ce tableau montre
15 que la pénétration des particules de 1 µm est moins importante que celle de l'exemple précédent avec des particules de 0,5 µm. Quelle que soit le type de support modifié, la pénétration dans le bas de ce dernier est toujours plus importante que dans le haut, créant ainsi un gradient de porosité et donc de densité de flux par unité de pression favorable à l'obtention de débits homogènes.

- 20 Sur le troisième support modifié, le dépôt d'une couche de séparation présentant un diamètre moyen de pores de 0,2 µm a été réalisé.

Après dépôt, séchage et frittage, les résultats obtenus avec le carter utilisé dans la mesure du support par tronçon sont présentés à la Fig. 13. Durant ces mesures, la
vitesse de circulation a été de 5 m/s. L'homogénéité observée sur les supports
25 modifiés se retrouve sur la membrane. Ce résultat est normal car le dépôt qui constitue la membrane est très régulier, ce qui correspond à ajouter à chaque tronçon du support modifié une résistance hydraulique ou perméabilité sensiblement identique.

30 Exemple de réalisation 3 selon l'invention :

Dans cet exemple, deux poudres de particules de diamètre moyen différent sont utilisés. Deux suspensions de ces deux poudres sont mises en contact avec le support

l'une après l'autre de manière à accroître le colmatage du support, sans faire apparaître un dépôt à la surface des canaux. Les particules de diamètre plus élevé sont utilisées en premier.

Une première pénétration selon l'exemple de réalisation 2 est effectuée.

5 Des supports monocanaux de diamètre externe 10 mm et de diamètre interne 6 mm et de longueur 1200 mm réalisés dans l'exemple de réalisation 2 sont utilisés. Toutefois, seuls les supports référencés 10/40/5 et 10/40/3 sur lesquels aucun dépôt n'existe à la surface des canaux sont utilisés.

10 Les secondes particules utilisées sont des particules d'oxyde de titane possédant un diamètre moyen de particules de 0,1 μm . La poudre est défloculée par l'intermédiaire d'un adjuvant de la famille des COATEX. La suspension ne contient aucun liant organique et la concentration de la poudre est inférieure à 20 g/l. Les valeurs de ces deux paramètres sont destinées à obtenir une viscosité très basse.

15 Les conditions expérimentales de l'engobage effectué avec cette deuxième suspension sont définies dans le tableau de la Fig. 14. Ces conditions sont identiques à celle de l'exemple 2 pour éviter la formation d'un dépôt. Comme dans l'exemple 1, trois supports sont réalisés pour chaque triplet Tr/Ta/Tv. Ces supports modifiés sont calcinés à 900 °C puis soumis aux mêmes prélèvements et mesures que dans l'exemple de réalisation 2 ci-dessus. Le tableau de la Fig. 15 présente les valeurs de
20 débits mesurées sur ces supports modifiés. Afin de les différencier de l'exemple précédent, la notation /0,1 a été ajoutée dans la référence de chaque support modifié. Il apparaît que la pénétration d'une poudre fine à l'intérieur d'un colmatage constitué avec des grosses particules a des conséquences très importantes sur le débit des tronçons puisque les valeurs de ces débits sont les plus faibles de la série des
25 exemples de réalisation de l'invention. Par rapport aux valeurs de référence du tableau de la Fig. 6, les valeurs du tableau de la Fig. 15 sont environ 3 ou 4 fois plus faibles, montrant ainsi l'efficacité de la double pénétration à partir de deux poudres de granulométrie très différentes.

30 Comme dans l'exemple 2 la vitesse élevée de vidange favorise l'homogénéité des débits. La pénétration de la poudre la plus fine n'a pu être déterminée, car il est peu aisé de distinguer les particules de granulométrie importante des particules de

granulométrie plus faible, après frittage. Toutefois, aucun dépôt n'a été observé sur la surface interne 4 du support 2.

Sur le troisième support modifié, un dépôt permettant d'obtenir une couche de séparation de diamètre moyen de pores de $0,2\ \mu\text{m}$ a été effectué. Après frittage, cette

-
- 5 nouvelle membrane est testée et les valeurs obtenues sont présentées dans le tableau de la Fig. 16. Les valeurs des débits des tronçons pour chaque membrane sont homogènes. De plus, par rapport aux valeurs présentées au tableau de la Fig. 8 obtenues pour l'exemple de réalisation 1 dans lequel une membrane de diamètre de pores identique a été réalisée, on observe que le débit des tronçons est
- 10 considérablement plus faible, d'environ un rapport 2. Ce rapport montre un intérêt supplémentaire de l'invention car elle permet d'obtenir des débits très différents pour une même couche membranaire et un support avant modification identique.

REVENDEICATIONS :

1 - Membrane pour la filtration tangentielle d'un fluide à traiter, ladite membrane comportant un support poreux (2) délimitant au moins un canal de circulation (3) pour le fluide à traiter circulant dans un sens donné (f) entre une entrée (6) et une sortie (7), la surface interne (4) du support poreux (2) délimitant le canal (3) étant recouverte par au moins une couche de séparation (5) pour le fluide à traiter, une fraction appelée perméat traversant la couche de séparation (5) et le support poreux (2),

caractérisée en ce que le support présente un colmatage (c) partiel variable s'étendant à partir de la surface interne (4) du support (2) sur laquelle la couche de séparation (5) est déposée, cedit colmatage créant, sur une tranche (8) du support (2) d'épaisseur constante donnée (e) s'étendant à partir de la surface interne (4) du support (2), un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation du fluide à traiter, la porosité moyenne minimale étant située à l'entrée (6) et la porosité moyenne maximale à la sortie (7).

2 - Membrane selon la revendication 1, caractérisée en ce que le colmatage (c) partiel variable crée sur une tranche (8) du support (2) d'épaisseur donnée (e) s'étendant à partir de la surface interne (4) du support (2), un gradient de densité de flux par unité de pression, selon le sens de circulation du fluide à traiter, la densité de flux par unité de pression minimale étant située à l'entrée (6) et la densité de flux par unité de pression maximale à la sortie (7).

3 - Membrane selon la revendication 1, caractérisée en ce que la porosité moyenne du support (2) augmente lorsque l'on se déplace à l'intérieur du support, transversalement au sens de circulation du fluide à traiter, entre la surface interne (4) et la surface externe (2₁) du support (2).

4 - Membrane selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le colmatage (c) partiel variable de la tranche (8) est réalisé sur une profondeur (p), à partir de la surface interne (4) du support (2), qui diminue selon le sens de circulation (f) du fluide à traiter entre l'entrée (6) et la sortie (7).

5 - Membrane selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le colmatage (c) partiel variable de la tranche (8) est dû à une augmentation du diamètre

moyen des pores de la tranche (8) selon le sens de circulation (f) du fluide à traiter entre l'entrée (6) et la sortie (7).

6 - Membrane selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que le colmatage (c) partiel variable de la tranche (8) est obtenu par pénétration à partir de

5 la surface interne (4) du support (2) de particules inorganiques de diamètre moyen inférieur au diamètre moyen d_p des pores du support (2).

7 - Membrane selon la revendication 6, caractérisée en ce que la pénétration de particules inorganiques est suivie d'un frittage.

8 - Membrane selon la revendication 1 à 7, caractérisée en ce que la tranche (8)
10 d'épaisseur constante (e) présente une porosité moyenne augmentant sensiblement de manière continue selon le sens de circulation (f) de fluide à traiter, entre l'entrée (6) et la sortie (7), de façon à obtenir un débit de perméat sensiblement constant le long du canal (3) de circulation.

9 - Membrane selon la revendication 1 à 7, caractérisée en ce que la tranche (8)
15 d'épaisseur constante (e) présente une porosité moyenne augmentant par paliers (P_i) selon le sens de circulation (f) du fluide à traiter, entre l'entrée (6) et la sortie (7), lesdits paliers étant, de préférence, tous de longueur prise selon le sens de circulation (f) sensiblement identique.

10 - Procédé de fabrication d'une membrane pour filtration tangentielle d'un fluide
20 à traiter, comportant un support poreux (2) délimitant au moins un canal (3) de circulation pour le fluide à traiter circulant selon un sens donné (f) entre une entrée (6) et une sortie (7), la surface interne (4) du support poreux (2) délimitant le canal...
(3) étant recouverte par au moins une couche de séparation (5) pour le fluide à traiter, ...
... caractérisé en ce qu'il comprend une étape consistant à modifier le support poreux (2).
25 par pénétration, à partir de la surface interne (4) du support poreux (2) délimitant le canal (3), de particules inorganiques de diamètre moyen inférieur au diamètre moyen d_p des pores du support (2), de façon à obtenir sur une tranche (8) d'épaisseur constante donnée (e) s'étendant à partir de la surface interne (4) du support (2), un gradient de porosité moyenne, selon le sens de circulation du fluide à traiter, la
30 porosité moyenne minimale étant située à l'entrée (6) et la porosité moyenne maximale à la sortie (7).

11 - Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'étape consistant à modifier le support poreux (2) par pénétration est suivie d'une étape de frittage.

12 - Procédé selon la revendication 10 ou 11 caractérisé en ce que la valeur du gradient de porosité moyenne de la tranche (8) est choisi en fonction de la valeur du gradient de la pression du fluide à traiter circulant dans le canal (3), afin d'obtenir un débit de perméat sensiblement constant le long du canal (3) de circulation.

13 - Procédé selon l'une des revendications 10 à 12, caractérisé en ce que le diamètre moyen des particules inorganiques est compris entre $d_p/100$ et $d_p/2$.

14 - Procédé selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que la pénétration est réalisée, de sorte que les particules inorganiques pénètrent à l'intérieur des pores de la tranche (8) sur une profondeur (p), à partir de la surface interne (4) du support (2) sur laquelle la couche de séparation (5) est déposée, qui diminue selon le sens de circulation (f) du fluide à traiter entre l'entrée (6) et la sortie (7).

15 - Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'il consiste à assurer la pénétration des particules inorganiques (9) à partir de la surface interne (4) du support poreux (2) :

- en disposant verticalement le support poreux (2), l'extrémité basse du support correspondant à l'entrée (6) et l'extrémité basse du support à la sortie (7),
- en remplissant le canal (3) par une suspension défloculée des particules inorganiques (9),
- et en vidant le canal (3) progressivement, en vue d'obtenir un temps de contact T_c , entre la suspension de particules inorganiques (9) et la surface interne (4) du support (3), qui augmente progressivement, afin d'obtenir une profondeur (p) de pénétration, à partir de la surface interne (4) du support (2), qui diminue selon le sens de circulation (f) du fluide à traiter entre l'entrée (6) et la sortie (7), c'est à dire entre l'extrémité basse et l'extrémité haute du support poreux (2).

16 - Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que le gradient de porosité moyenne sur la tranche (8) d'épaisseur constante donnée (e) est réalisé par pénétrations successives d'une première série de particules inorganiques dont le diamètre moyen d_1 est compris entre $d_p/100$ et $d_p/2$, puis d'une deuxième série de particules inorganiques dont le diamètre moyen d_2 est compris entre $d_1/100$ et $d_1/2$.

17 - Procédé selon l'une des revendications 10 à 16, caractérisé en ce que, simultanément à la pénétration, un dépôt des particules organiques est réalisé sur la surface interne (4) du support, ce dépôt constituant après frittage la couche de séparation (5).

FIG.1

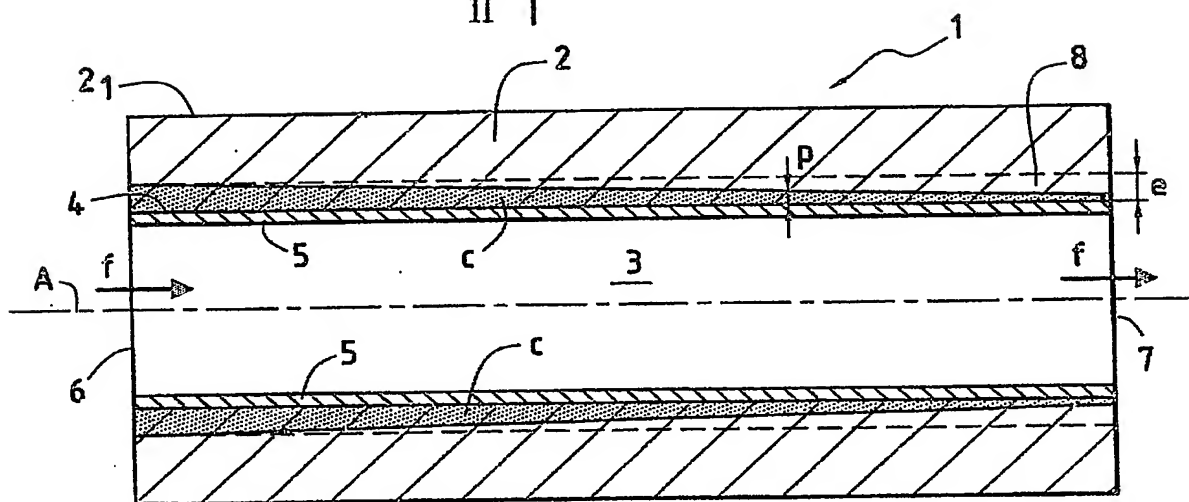
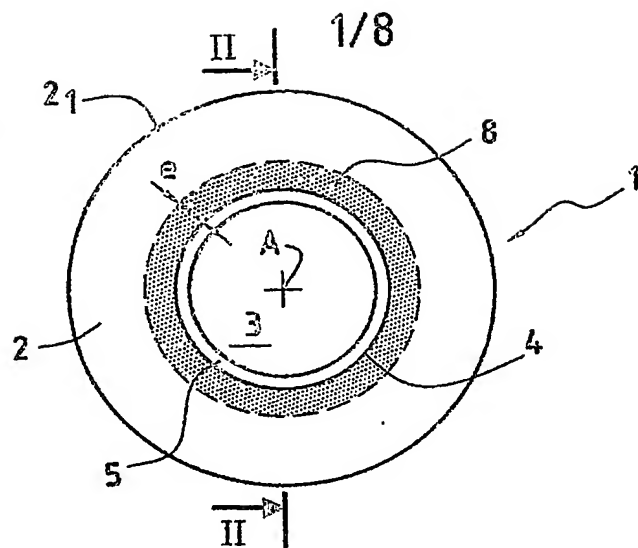


FIG.2

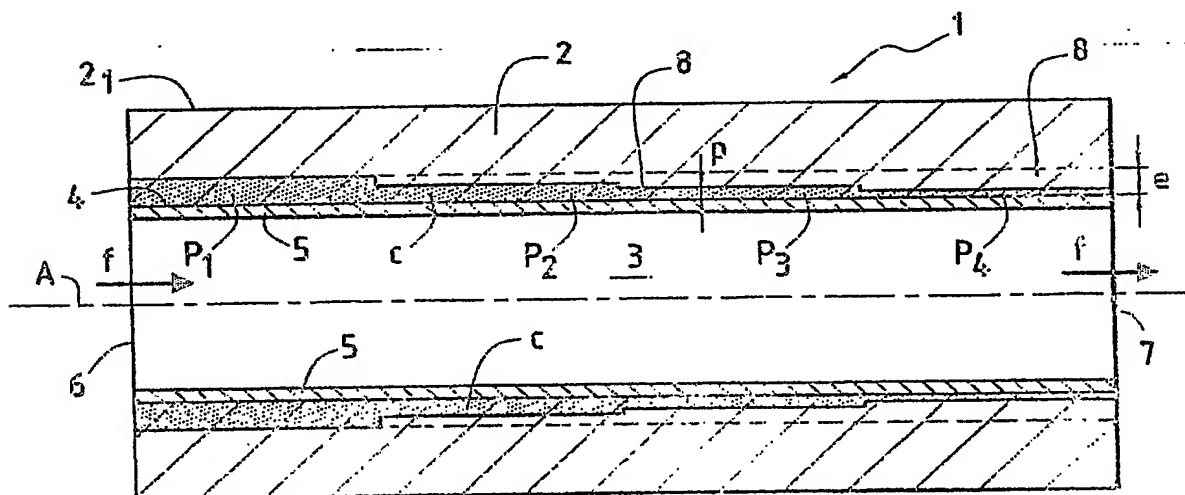


FIG.3

	Tronçons											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Densité de flux par unité de pression $\text{m}^3/\text{m}^2/\text{s}/\text{Pa} \times 10^{-8}$	2,60	2,61	2,62	2,61	2,59	2,54	2,59	2,60	2,61	2,63	2,68	2,70
Epaisseur μm	48	48	48	49	48	49	49	50	49	50	50	50
Perméabilité de la couche $\text{m}^3/\text{m}^2/\text{s}/\text{m}/\text{Pa} \times 10^{-12}$	2,00	2,012	2,018	2,048	1,982	1,961	2,02	2,074	2,044	2,123	2,16	2,21

FIG.4

Vitesse de circulation (m/s)	1	2	3	4	5
Perte de charge (b)	0,20	0,30	0,45	0,60	0,85

FIG.5

	Tronçon 1	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4	Rapport Débit entrée/débit sortie
V (m/s)	1	1	1	1	1,34
Pression moyenne du tronçon (b)	1,18	1,13	1,08	1,03	
Débit tronçon (l/h)	6630	6310	6026	4946	
V (m/s)	2	2	2	2	1,42
Pression moyenne du tronçon (b)	1,26	1,19	1,11	1,04	
Débit tronçon (l/h)	7120	6616	6234	5018	
V (m/s)	3	3	3	3	1,53
Pression moyenne du tronçon (b)	1,39	1,28	1,17	1,06	
Débit tronçon (l/h)	7848	7142	6552	5118	
V (m/s)	4	4	4	4	1,64
Pression moyenne du tronçon (b)	1,53	1,38	1,23	1,08	
Débit tronçon (l/h)	8568	7632	6868	5226	
V (m/s)	5	5	5	5	1,82
Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	
Débit tronçon (l/h)	9864	8568	7416	5406	

FIG.6

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en secondes selon longueur et relation (1)				
			Bas support	300 mm	500 mm	700 mm	Haut support
10	10	40	60	47,2	38,7	20,2	10
10	40	10	60	55	51,5	48,1	40
10	40	40	90	77,2	68,7	60,2	40

FIG.7

4/8

Type de support	Poids déposé (g)		Tronçon 1 (Bas support modifié)	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4 (haut support modifié)	Rapport Débit max/débit min
		Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	
10/10/40	1,13	Débit tronçon (l/h)	4170	3985	3983	4042	1,24
10/40/10	1,5	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	
		Débit tronçon (l/h)	4100	3995	3974	4053	1,03
10/40/40	1,6	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	
		Débit tronçon (l/h)	3823	3832	3984	4043	1,06

FIG.8

Type de support	N° du tronçon	Débit (l/h)	Profondeur de pénétration des particules dans le support (µm)	Epaisseur de la couche (µm)
10/10/40	1 (bas support modifié)	4171	12	3
	2	4292	10	2
	3	4780	5	0
	4 (haut support modifié)	5166	2	0
10/40/10	1 (bas support modifié)	4171	13	6
	2	3985	12	4
	3	3984	9	2
	4 (haut support modifié)	4043	5	2
10/40/40	1 (bas support modifié)	3823	17	6
	2	3832	13	5
	3	3984	9	2
	4 (haut support modifié)	4043	5	2

FIG.9

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en secondes selon longueur et relation (1)				
			Bas support	300 mm	500 mm	700 mm	Haut support
10	10	10	30	24,9	21,5	18,1	10
10	40	5	55	51,8	48,6	46,1	40
10	40	3	53	49,6	47,4	45,2	40

FIG.10

Type de support	Poids déposé (g)		Tronçon 1 (bas support modifié)	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4 (haut support modifié)	Rapport Débit max/débit min
10/10/10	0,8	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,42
		Débit tronçon (l/h)	7455	6131	6374	5256	
10/40/5	0,9	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,19
		Débit tronçon (l/h)	6499	6499	6374	5458	
10/40/3	1,2	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,06
		Débit tronçon (l/h)	6117	6131	6374	6468	

FIG.11

6/8

Type de support	N° du tronçon	Débit (l/h)	Profondeur de pénétration des particules dans le support (µm)	Epaisseur de la couche (µm)
10/10/10	1 (bas support modifié)	7455	11	2
	2	6131	9	2
	3	6374	8	0
	4 (haut support modifié)	5256	5	0
10/40/5	1 (bas support modifié)	6499	14	0
	2	6131	12	0
	3	6374	9	0
	4 (haut support modifié)	5458	7	0
10/40/3	1 (bas support modifié)	6117	14	0
	2	6131	13	0
	3	6374	9	0
	4 (haut support modifié)	6468	8	0

FIG.12

Type de support	Poids déposé (g)		Tronçon 1 (bas membrane)	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4 (haut membrane)	Rapport Débit max/débit min
10/10/10	1,13	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,06
		Débit tronçon (l/h)	1203	1145	1142	1185	
10/40/5	1,5	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,05
		Débit tronçon (l/h)	1198	1155	1138	1139	
10/40/3	1,6	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,07
		Débit tronçon (l/h)	1045	1047	1095	1125	

FIG.13

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en secondes selon longueur et relation (1)				
			Bas support	300 mm	500 mm	700 mm	Haut support
10	10	10	30	24,9	21,5	18,1	10
10	40	5	55	51,8	48,6	46,1	40
10	40	3	53	49,6	47,4	45,2	40

FIG.14

Type de support	Poids dépos é (g)		Tronçon 1 (bas support modifié)	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4 (haut support modifié)	Rapport Débit max/débit min
10/40/5/0,1	0,4	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,19
		Débit tronçon (l/h)	1950	1835	1912	1637	
10/40/3/0,1	0,45	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,18
		Débit tronçon (l/h)	1835	1835	1912	1617	

FIG.15

Type de support	Poids déposé (g)		Tronçon 1 (bas membrane)	Tronçon 2	Tronçon 3	Tronçon 4 (haut membrane)	Rapport Débit max/débit min
10/10/40	1,1	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,05
		Débit tronçon (l/h)	502	487	485	495	
10/40/10	1,3	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,06
		Débit tronçon (l/h)	498	490	470	469	
10/40/40	1,65	Pression moyenne du tronçon (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,07
		Débit tronçon (l/h)	431	432	451	461	

FIG.16



BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI


N° 11 235 02

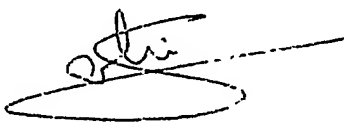
DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DR 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		1H71093BFR17LSA/VF	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0213359	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) MEMBRANE POUR FILTRATION TANGENTIELLE ET SON PROCEDE DE FABRICATION			
LE(S) DEMANDEUR(S) : Cabinet BEAU DE LOMENIE 51, Avenue Jean Jaurès B.P. 7073 69301 LYON CEDEX 07			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		LESCOCHE	
Prénoms		Philippe	
Adresse	Rue	Chemin de la Montagne	
	Code postal et ville	84110	FAUCON
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) LYON, le 25 Octobre 2002 J. SARLIN Conseil en P.I. - N° 02-0502			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

PCT Application
FR0303097



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.